CERTIFICATE OF MAILING

, 2002, this paper I hereby certify that on February (along with any paper referred to as being attached or enclosed) is being deposited with the United States Postal Service with sufficient postage as first class mail in an envelope addressed to: Commissioner for Patents,

Washington, DC 20231

Applicant: Yamaguchi Serial No.: 10/010,595 Filed: 12/05/2001

Title: PARTICLE SIZE

DISTRIBUTION MEASURING

APPARATUS

Group Art Unit: 2877

Examiner: Unassigned Docket No.: 380153-71

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Commissioner for Patents Washington, DC 20231

Sir:

TRANSMITTAL C.

Attached please find the certified copies of the two foreign applications from reity is claimed for this case. which priority is claimed for this case.

Filing Date: 12/08/2000

Country: Japan

Application Number: 2000-381313

Filing Date: 12/15/2000

Respectfully submitted,

February $\sqrt{}$, 2002

Registration No. 49,030

OPPENHEIMER WOLFF & DONNELLY LLP

840 Newport Center Drive, Suite 700

Newport Beach, CA 92660 Telephone: 949.823.6000 Facsimile: 949.823.6100

出願人履歴情報

識別番号

[000155023]

1. 変更年月日 1990年 9月 3日

[変更理由]

新規登録

住 所

京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地

氏 名

株式会社堀場製作所



日本国特許庁 JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日

Date of Application:

2000年12月15日

出 願 番 号

Application Number:

特願2000-381313

出 顧 人
Applicant(s):

.

株式会社堀場製作所

RECENED FED 25 202 TO 2000 WALL ROOM

2001年 8月31日

特許庁長官 Commissioner, Japan Patent Office 及川耕



特2000-381313

【書類名】

特許願

【整理番号】

163X111

【あて先】

特許庁長官殿

【発明者】

【住所又は居所】 京都府京都市南区吉祥院宮の東町2番地 株式会社堀場

製作所内

【氏名】

山口 哲司

【特許出願人】

【識別番号】

000155023

【氏名又は名称】 株式会社堀場製作所

【代理人】

【識別番号】 100074273

【弁理士】

【氏名又は名称】 藤本 英夫

【電話番号】

06-6352-5169

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 017798

【納付金額】

21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】

明細書 1

【物件名】

図面 1

【物件名】

要約書 1

【包括委任状番号】 9706521

【プルーフの要否】

要

1

【書類名】

11

明細書

【発明の名称】

粒径分布測定装置

【特許請求の範囲】

【請求項1】 試料液が流れる流路中に設けたフローセルに対してレーザ光を照射する照射部と、試料液中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している粒径分布測定装置であって、前記フローセルに、前記試料液の出入口となる二つの口部が上面に設けられているとともに、前記二つの口部のいずれか一方からフローセル内へ導入された試料液がフローセルの底部付近を通って他方の口部から導出されるようにするための仕切り体がフローセルの前記二つの口部の間から下部に向けて設けられており、この仕切り体の下部が、下端側ほど細くなるように傾斜面を有していることを特徴とする粒径分布測定装置。

【発明の詳細な説明】

[0001]

【発明の属する技術分野】

この発明は、粒径分布測定装置に関する。

[0002]

【従来の技術】

試料液が流れる流路中に設けたフローセルに対してレーザ光を照射する照射部と、試料液中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している従来の粒径分布測定装置として、前記フローセルが、前記試料液の出入口となる口部をその上面と下面とにそれぞれ有しているものがある。

[0003]

【発明が解決しようとする課題】

しかし、上記の構成からなる従来の粒径分布測定装置では、前記フローセルを 洗浄などのために流路から取り外すときに、フローセル内に残っていた試料液が 下面に設けられた口部からこぼれて、フローセルを保持していたホルダやその周 辺などを汚すことがあった。前記試料液は強酸や強アルカリの溶液や有機溶媒な どである場合が多く、上記のように試料液がこぼれることは、事故などが起きる 原因ともなり、大変危険であった。

[0004]

この発明は上述の事柄に留意してなされたもので、その目的は、フローセル内における試料液の循環がよどみなく行われるとともに、試料液をこぼすことなくフローセルの取り外しを行うことができ、さらに、フローセルの洗浄を簡単かつ確実に行うことができる粒径分布測定装置を提供することにある。

[0005]

【課題を解決するための手段】

上記目的を達成するために、この発明の粒径分布測定装置は、試料液が流れる流路中に設けたフローセルに対してレーザ光を照射する照射部と、試料液中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している粒径分布測定装置であって、前記フローセルに、前記試料液の出入口となる二つの口部が上面に設けられているとともに、前記二つの口部のいずれか一方からフローセル内へ導入された試料液がフローセルの底部付近を通って他方の口部から導出されるようにするための仕切り体がフローセルの前記二つの口部の間から下部に向けて設けられており、この仕切り体の下部が、下端側ほど細くなるように傾斜面を有している(請求項1)。

[0006]

上記の構成により、フローセル内における試料液の循環がよどみなく行われるとともに、試料液をこぼすことなくフローセルの取り外しを行うことができ、さらに、フローセルの洗浄を簡単かつ確実に行うことができる粒径分布測定装置の提供が可能となる。

[0007]

【発明の実施の形態】

以下、この発明の実施例を、図を参照しながら説明する。

図1は、本発明の一実施例に係る粒径分布測定装置Dの構成を概略的に示す説明図である。

粒径分布測定装置 D は、サンプル粒子を含んだ試料液(図示せず)が循環する 流路 1 中に、前記試料液を循環させるためのポンプ 2 と、前記流路 1 に前記試料 液を供給するための供給部3と、前記流路1中の試料液を排出するための排出部4と、前記試料液中のサンプル粒子についての粒径分布を求めるための測定部5 と、前記流路1中の試料液を希釈するための希釈液(例えば水)や流路1内を洗 浄するために用いる洗浄液を流路1内へと注入するための注入部6とを備えている。

[0008]

また、前記粒径分布測定装置Dは、試料液中に分散したサンプル粒子にレーザ 光を照射し、前記サンプル粒子によって散乱された光の周波数強度分布から粒径 分布を求める、いわゆる動的光散乱理論に基づいて構成された動的光散乱式粒径 分布測定装置である。なお、本発明の粒径分布測定装置Dは、動的光散乱式粒径 分布測定装置に限るものではない。

[0009]

前記サンプル粒子を含んだ試料液としては、例えば、有機顔料、セラミックス 、半導体ウエハやハードディスクの研磨剤あるいはインクジェットプリンタのイ ンクなどを、それぞれ適宜の分散媒(水や、エタノール等のアルコール類など) によって希釈したものが挙げられる。

[0010]

前記流路1には、前記供給部3,注入部6,ポンプ2,測定部5および排出部4がこの順に設けられている。なお、前記流路1における供給部3,注入部6,ポンプ2,測定部5および排出部4の配列は、上記のものに限られず、適宜に設定することができる。

[0011]

前記ポンプ2は、正回転状態、停止状態、逆回転状態の三つの状態をとるように構成されている。そして、ポンプ2が正回転状態にあるときには、前記流路1内の試料液の循環が、試料液が供給部3,注入部6,ポンプ2,測定部5,排出部4をこの順に経たあと、再び前記供給部3へと向かって流れる正循環となり、ポンプ2が逆回転状態にあるときには、前記流路1内の試料液の循環が、試料液が供給部3,排出部4,測定部5,ポンプ2,注入部6を経て、再び前記供給部3へと向かう逆循環となる。また、前記ポンプ2を停止状態とすることによって

、前記流路1内の試料液の循環を停止させることができる。

[0012]

前記供給部3は、例えば、前記試料液をその内部へ投入するための投入口(図示せず)を有する分散バスからなる。なお、前記供給部3の内部に収容した試料液中のサンプル粒子を分散(攪拌)する分散手段が設けられていてもよく、このような分散手段は、例えば、供給部3内の試料液中のサンプル粒子を超音波によって分散する超音波分散処理が可能な超音波バスを供給部3として採用することや、供給部3に対して適宜の衝撃を加えることができる装置を設けることなどによって備えることができる。

[0013]

前記排出部4は、三方電磁弁4 a と、この三方電磁弁4 a を介して流路1に接続され、流路1内の試料液を流路1外へと排出するための排出路4 b とからなる。このような構成からなる排出部4では、前記三方電磁弁4 a を切り換えることによって、流路1内を流れる試料液を前記排出路4 b から排出することができる。なお、前記排出部4の構成は上記のものに限られず、例えば、前記三方電磁弁4 a に代えて、二つの二方電磁弁(図示せず)を用いてもよく、この場合には、一方の二方電磁弁を前記排出路4 b に設け、他方の二方電磁弁を流路1中に設ければよい。

[0014]

前記測定部5は、前記試料液を流すことができるフローセル7と、このフローセル7に対してレーザ光を照射するための照射部(図示せず)と、前記フローセル7内に収容された試料液中のサンプル粒子により散乱された光を検出するための検出器(図示せず)とを有している。

[0015]

図2および図3は、前記フローセル7の構成を概略的に示す説明図および分解 斜視図である。

前記フローセル7は、前記照射部からのレーザ光が透過する材料(例えばガラスなど)を用いて形成されており、このフローセル7の上部に着脱自在に固定されるセル蓋8とともに、図示しないセルホルダによって保持された状態で流路1

特2000-381313

中にセットされる。また、前記フローセル7およびセル蓋8は、前記フローセル7内に温度計9を挿入した状態で保持することができるように構成されている。

[0016]

前記フローセル7には、前記試料液の出入口となる二つの口部7a, 7bが上面に設けられているとともに、前記二つの口部7a, 7bのいずれか一方からフローセル7内へ導入された試料液がフローセル7の底部付近を通って他方の口部から導出されるようにするための仕切り体10がフローセル7の前記二つの口部7a, 7bの間から下部に向けて設けられている。

[0017]

詳述すると、前記フローセル7は、二枚の板状体11,12によって、切り欠き部分13aを有する流路形成体13と、その厚さがこの流路形成体13と同じであり、前記切り欠き部分13a内に配置される仕切り体10とを挟んだ形状をしている。

[0018]

前記二枚の板状体 1 1, 1 2 は、互いにほぼ同一の形状・大きさをしており、 平面視がほぼ矩形状で、厚さがどの部分もほぼ一定となるように形成されている

[0019]

前記流路形成体13は、高さおよび左右の幅が前記二枚の板状体11,12とほぼ同一である板状体に、その上端中央部から底部にかけて切り欠き部分13aを設けてなるほぼコの字形状をしており、底壁部14と、この底壁部14の両端部から上方に連設された左壁部15および右壁部16とからなる。

[0020]

前記底壁部14の上面は、ほぼ水平な面となっている。

[0021]

前記左壁部15の内面(前記右壁部16と対向する面)の上部15aは、下側ほど対向する右壁部16に近づく傾斜面となっており、また、左壁部15の内面(前記右壁部16と対向する面)の中央部から下部にかけては、ほぼ鉛直な面となっている。

[0022]

前記右壁部16の内面(前記左壁部15と対向する面)は、ほぼ鉛直な面となっている。

[0023]

前記仕切り体10は、その上面が、前記流路形成体13の上面(詳しくは、前記左壁部15の上面および右壁部16の上面)が含まれる平面と同一平面内にあるように配置されている。そして、仕切り体10の前記右壁部16に対向する側の面はほぼ鉛直な面となっており、前記左壁部15に対向する側の面は、上部がほぼ鉛直な面となっているとともに、下部が下端側ほど細くなるように前記右壁部16に近づく傾斜面となっている。そして、このように形成された仕切り体10の縦断面は、下端が尖った形状となる。

[0024]

上記の構成からなる前記フローセル7の上面には、前記流路形成体13の左壁部15の上面と、前記仕切り体10の上面と、前記二枚の板状体11,12のそれぞれの上面とによって囲まれた、フローセル7内への前記試料液の出入口となる口部7aが形成されることになるとともに、前記流路形成体13の右壁部16の上面と、前記仕切り体10の上面と、前記二枚の板状体11,12のそれぞれの上面とによって囲まれた、フローセル7内への前記試料液のもう一つの出入口となる口部7bが形成されることになる。

[0025]

なお、前記口部7aおよび7bは、前記ポンプ2が正回転状態にあるときは、 それぞれフローセル7における試料液の注入口および排出口となり、前記ポンプ 2が逆回転状態にあるときは、それぞれフローセル7における試料液の排出口お よび注入口となる。

[0026]

また、前記フローセル7は、その内部に、前記二枚の板状体11,12と、前記流路形成体13と、前記仕切り体10とによって囲まれた、前記試料液が通る空間となる通路17が形成されることになる。この通路17は、前記各口部7a,7bからそれぞれフローセル7内の底部へ向かって形成された空間が、フロー



セル7の底部付近において連通したものであり、縦断面がほばU字形状またはほばV字形状となっている。

[0027]

前記セル蓋8は、例えば、試料液の性質(例えば、腐食性など)を考慮して決定された材料(例えば耐腐食性を備えているテフロン)を用いて形成されており、前記二つの口部7a,7bに連通する二つの連通路8a,8bと、前記フローセル7内にその一方の口部7aから挿入される温度計9を保持・固定するための差し込み孔8cとを有している。なお、前記連通路8a,8bに、前記流路1を形成する配管が接続される〇リング付き継手(図示せず)を組み込んでもよい。これらの〇リング付き継手や前記流路1を形成する配管なども、前記セル蓋8と同様の材料を用いて形成すればよい。

[0028]

前記温度計9は、前記フローセル7内の試料液に浸漬した状態でその温度を測定するものであり、極めて細い棒状をしたステンレス製の保護管9a内に組み込まれており、シール手段(例えば、Oリングなど)や固定手段(例えば、留め付けネジなど)を用いて前記セル蓋8に固定される。そして、前記フローセル7に向けて照射される前記照射部からのレーザ光を遮らない位置に配置される。

[0029]

前記保護管9 a は、前記フローセル7内に挿入される部分は比較的小さい径に 形成されており、前記セル蓋8内に挿入される部分および前記セル蓋8よりも上 方に突出する部分は、比較的大きい径に形成されている。

[0030]

上記の構成からなるフローセル7は、図示しないセルホルダによってセル蓋8 および温度計9とともに保持された状態で流路1中にセットされる。そして、粒径分布の測定時には、前記照射部からのレーザ光がフローセル7の適宜の箇所7 cに照射され、これによって生じた試料液中のサンプル粒子からの散乱光を前記検出器が検出することによって粒径分布の測定が行われるのである。このとき、前記温度計9によって測定された試料液の温度が、粒径分布測定を行う演算処理に入力される。なお、本実施例では、レーザ光が照射される箇所7 c は、前記通



路17の前記口部7bからフローセル7の底部までの間におけるほぼ中央付近に設定されており、前記通路17は、前記口部7bからフローセル7の底部まで、ほぼ直線状かつ鉛直状にのびており、さらに、その断面積がほぼ一定となるように形成されている。

[0031]

ここで、前記レーザ光が照射される箇所7cが、前記通路17の前記フローセル7の口部7bから底部までの間におけるほぼ中央付近に設定されているのに対して、前記温度計9は前記口部7bとは異なるもう一つの口部7aからフローセル7内に挿入され、フローセル7の底部付近において試料液の温度を測定できるように配置されているのであり、これによって、温度計9は、前記箇所7cに照射されるレーザ光によって測定精度を低下させるような反射光や散乱光を発生させることもなく、粒径分布測定へ何ら影響を及ぼすことがないのである。なお、前記レーザ光が照射される箇所7cをフローセル7の底部に近づけることにより、前記温度計9による試料液の温度測定をより精度良く行うことが可能となる。

[0032]

前記注入部6は、三方電磁弁6aと、この三方電磁弁6aを介して流路1に接続され、前記洗浄液および前記希釈液を択一的に流路1内へと注入するための注入路6bとからなる。前記注入路6bの上流部には、三方電磁弁6cが設けられており、この三方電磁弁6cには、前記洗浄液を供給する洗浄液供給路6dと、前記希釈液を供給する希釈液供給路6eとが接続されている。

[0033]

上記のような構成からなる注入部6では、前記三方電磁弁6a,6cを適宜に切り換えることによって、流路1内に前記洗浄液および前記希釈液を択一的に注入することができる。なお、前記注入部6の構成は上記のものに限られず、例えば、前記三方電磁弁6aに代えて、二つの二方電磁弁(図示せず)を用いてもよく、この場合には、一方の二方電磁弁を前記注入路6bに設け、他方の二方電磁弁を流路1中に設ければよい。また、前記三方電磁弁6cに代えて、二つの二方電磁弁(図示せず)を用いてもよく、この場合には、一方の二方電磁弁を前記洗浄液供給路6dに設け、他方の二方電磁弁を前記洗

٧١.

[0034]

次に、上記の構成からなる粒径分布測定装置Dの動作について説明する。

前記粒径分布測定装置Dを用いて測定を行うには、まず、測定対象とする試料液を前記供給部3から流路1内へ供給し、ポンプ2を正回転状態とすることによって前記試料液を流路1内で正循環させる。なお、流路1内を循環する試料液を希釈する必要があるときは、前記注入部6から希釈液を適宜の量だけ注入すればよい。

[0035]

そして、所定時間、前記試料液を正循環させたあと、ポンプ2を停止状態にし、続いて逆回転状態にする。これによって、前記試料液は流路1内を逆循環することになる。こうして、試料液の逆循環を所定時間だけ行わせたあと、前記ポンプ2を停止状態にすることによって、循環していた前記測定部5のフローセル7内の試料液を停止させ、続いて前記測定部5において上述した方法で測定が行われる。

[0036]

このとき、前記フローセル7の内壁に気泡が付着していると、この気泡がサンプル粒子と同様に前記照射部からのレーザ光を散乱させてしまうことから、測定の精度が低下することになるが、本発明の粒径分布測定装置Dでは、上述したように、前記測定前に、前記フローセル7内を流れる前記試料液の流れを反転させることによって、前記フローセル7内で前記試料液が往復運動をし、前記フローセル7の内壁に付着した気泡に揺さぶるような刺激が加わることにより、気泡が除去されるのである。そのため、前記照射部からレーザ光を照射すると、フローセル7の内壁に付着した気泡がそのレーザ光を散乱することなく、フローセル7の内壁表面に浮遊しているサンプル粒子から散乱した光だけが前記検出器で検出されることになる。

[0037]

そして、前記測定部5における所定の測定が終了し、流路1内にある試料液が不要になった場合には、前記排出部4から流路1内の試料液を排出すればよく、



そのあと流路1内を洗浄する必要がある場合には、続いて、前記注入部6から洗 浄液を流路1内へと注入し、ポンプ2によって洗浄液を流路1内で循環させ、最 後に前記排出部4から使用済みの洗浄液を排出すればよい。

[0038]

ところで、上記のように流路1内の洗浄を行っていても、前記フローセル7の内壁が水アカなどによって汚れてしまうことを完全に防止することは、極めて難しい。そのため、前記フローセル7を流路1から取り外し、フローセル7内の汚れを綿棒やブラシなどの清掃部材で擦りおとす洗浄が従来より行われているのであるが、本発明の粒径分布測定装置Dでは、このようなフローセル7の洗浄を簡単かつ確実に行うことができるのである。

[0039]

すなわち、上記の構成からなるフローセル7では、前記仕切り体10の下部が、下端側ほど細くなるように傾斜面を有していることから、前記口部7a,7b のいずれから綿棒やブラシなどの清掃部材を挿入しても、フローセル7の底部を直接擦ることができるのである。ここで、前記口部7aからフローセル7の底部までにかけての前記通路17において、前記左壁部15の内面の上部15aには上述したように傾斜面が形成されているが、この構造は、前記清掃部材を前記口部7aから仕切り体10の下部付近に挿入する動作を妨げないようにするためのものである。

[0040]

なお、上記の構成からなる前記フローセル7では、底部だけでなく、その内部 に設けられた通路17を形成する仕切り体10の外面および流路形成体13の内 面のいずれの箇所も前記清掃部材で力強く擦ることができるのである。

[0041]

また、上記の構成からなる前記フローセル7では、試料液の出入口となる口部 7 a, 7 b がいずれもその上面に形成されていることから、フローセル7を流路 1 から取り外すときに、フローセル7内に残っていた試料液がこぼれることがない。

[0042]



さらに、前記フローセル7は前記仕切り体10を有しており、これによって、前記二つの口部7a,7bのいずれか一方からフローセル7内へ導入された試料液がフローセル7の底部付近を通って他方の口部から導出されるようになっていることや、前記仕切り体10を設けていない場合に比して、フローセル7内の試料液の量が減ることになることなどから、前記フローセル7内における試料液の循環・入れ替えが効率よくかつよどみなく行われることになる。

[0043]

また、上記の構成からなるフローセル7を有する粒径分布測定装置Dでは、レーザ光が照射される箇所7cの近くにある試料液の温度を、前記温度計9によって測定することができるため、より正確な試料液の温度を粒径分布の測定に反映させることができ、ひいては粒径分布の測定結果の絶対精度が向上させることができるのである。

[0044]

なお、前記フローセル7の構成は、上述したものに限られず、例えば、前記温度計9をその内部に保持しない構成としてもよく、この場合には、前記温度計9を保持するためのスペースを省くことができ、前記フローセル7内における試料液の循環・入れ替えがより効率よくかつよどみなく行われることになる。

[0045]

【発明の効果】

以上説明したように、上記の構成からなる本発明によれば、フローセル内における試料液の循環がよどみなく行われるとともに、試料液をこぼすことなくフローセルの取り外しを行うことができ、さらに、フローセルの洗浄を簡単かつ確実に行うことができる粒径分布測定装置の提供が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【図1】

本発明の一実施例に係る粒径分布測定装置の構成を概略的に示す説明図である

【図2】

上記実施例におけるフローセルの構成を概略的に示す説明図である。



【図3】

上記実施例におけるフローセルの構成を概略的に示す分解斜視図である。

【符号の説明】

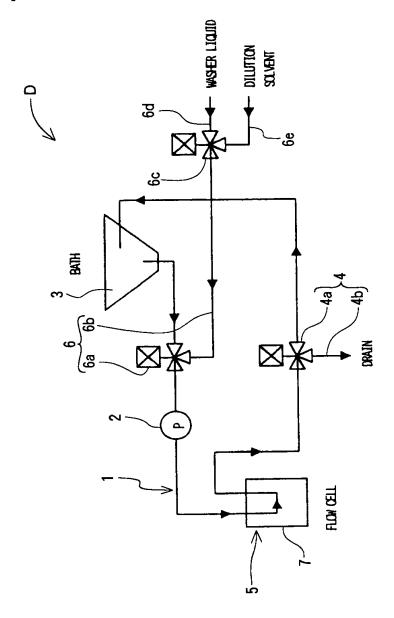
1…流路、7…フローセル、7a, 7b…口部、10…仕切り体、D…粒径分布測定装置。



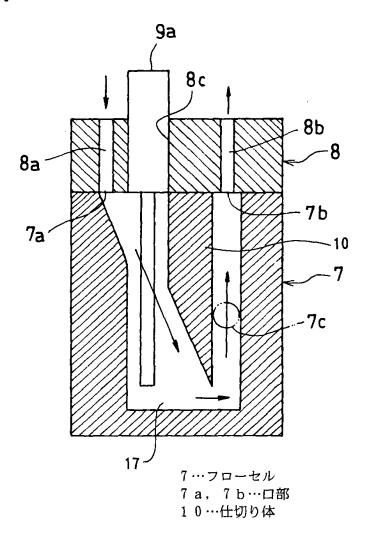
【書類名】

図面

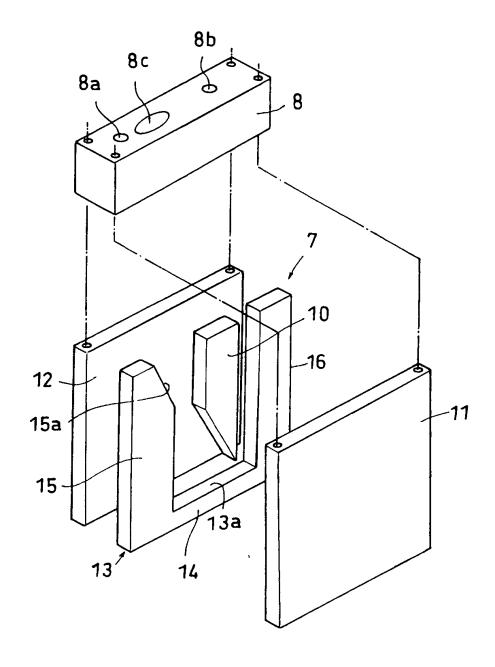
【図1】











【書類名】

要約書

【要約】

【課題】 フローセル内における試料液の循環がよどみなく行われるとともに、 試料液をこぼすことなくフローセルの取り外しを行うことができ、さらに、 フローセルの洗浄を簡単かつ確実に行うことができる粒径分布測定装置を提供する

【解決手段】 試料液が流れる流路1中に設けたフローセル7に対してレーザ 光を照射する照射部と、試料液中の粒子により散乱された照射部からの光を検出するための検出器とを有している粒径分布測定装置Dであって、前記フローセル7に、前記試料液の出入口となる二つの口部7a,7bが上面に設けられているとともに、前記二つの口部7a,7bのいずれか一方からフローセル7内へ導入された試料液がフローセル7の底部付近を通って他方の口部から導出されるようにするための仕切り体10がフローセル7の前記二つの口部7a,7bの間から下部に向けて設けられており、この仕切り体10の下部が、下端側ほど細くなるように傾斜面を有している。

【選択図】 図2

認定・付加情報

特許出願の番号 特願2000-381313

受付番号 50001618042

書類名特許願

担当官 第八担当上席 0097

作成日 平成12年12月18日

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成12年12月15日